

REC'D 16 FEB 2004

WIPG PCT



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

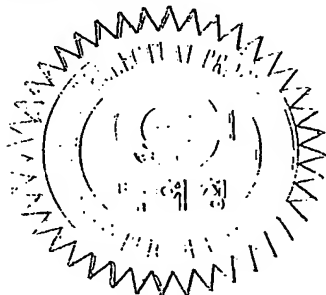
출원번호 : 10-2003-0092005
Application Number

출원년월일 : 2003년 12월 16일
Date of Application

출원인 : 삼성정밀화학 주식회사
Applicant(s) SAMSUNG FINE CHEMICALS CO., LTD

**PRIORITY
DOCUMENT**

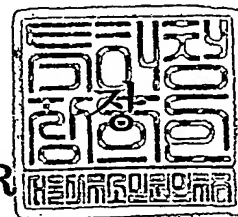
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



2004 년 01 월 09 일

특 허 청

COMMISSIONER



【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2003. 12. 16
【발명의 명칭】	미세화된 셀룰로오스에테르의 제조방법
【발명의 영문명칭】	Method for preparation of fine powdered Cellulose ethers
【출원인】	
【명칭】	삼성정밀화학 주식회사
【출원인코드】	1-1998-002544-8
【대리인】	
【성명】	허상훈
【대리인코드】	9-1998-000602-6
【포괄위임등록번호】	1999-007498-9
【대리인】	
【성명】	백남훈
【대리인코드】	9-1998-000256-5
【포괄위임등록번호】	1999-007495-7
【발명자】	
【성명의 국문표기】	김석수
【성명의 영문표기】	KIM, SEOK SOO
【주민등록번호】	651228-1024111
【우편번호】	305-762
【주소】	대전광역시 유성구 전민동 엑스포아파트 401동 504호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	소정호
【성명의 영문표기】	SO, JUNG HO
【주민등록번호】	570619-1452419
【우편번호】	305-761
【주소】	대전광역시 유성구 전민동 엑스포아파트 304동 504호
【국적】	KR

【발명자】

【성명의 국문표기】 이상구
 【성명의 영문표기】 LEE, SANG KU
 【주민등록번호】 650103-1025424
 【우편번호】 305-761
 【주소】 대전광역시 유성구 전민동 엑스포아파트 211동 1202호
 【국적】 KR

【발명자】

【성명의 국문표기】 이일용
 【성명의 영문표기】 LEE, IL YONG
 【주민등록번호】 640817-1675218
 【우편번호】 305-380
 【주소】 대전광역시 유성구 문지동 세종아파트 109동 406호
 【국적】 KR

【발명자】

【성명의 국문표기】 조명승
 【성명의 영문표기】 CHO, MYUNG SEUNG
 【주민등록번호】 770408-1182623
 【우편번호】 305-728
 【주소】 대전광역시 유성구 전민동 세종아파트 101동 401호
 【국적】 KR

【발명자】

【성명의 국문표기】 윤경인
 【성명의 영문표기】 YUN, KYOUNG IN
 【주민등록번호】 781217-2543211
 【우편번호】 305-752
 【주소】 대전광역시 유성구 송강동 청솔아파트 513동 103호
 【국적】 KR

【심사청구】

청구

【취지】

특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의
 한 출원심사 를 청구합니다. 대리인
 허상훈 (인) 대리인
 백남훈 (인)

【수수료】

【기본출원료】	14	면	29,000	원
---------	----	---	--------	---

【가산출원료】	0	면	0	원
---------	---	---	---	---

【우선권주장료】	0	건	0	원
----------	---	---	---	---

【심사청구료】	8	항	365,000	원
---------	---	---	---------	---

【합계】	394,000		원	
------	---------	--	---	--

【첨부서류】	1. 요약서·명세서(도면)_1통			
--------	-------------------	--	--	--

【요약서】**【요약】**

본 발명은 미세화된 셀룰로오스에테르의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 잘게 분쇄한 셀룰로오스에 가성소다를 처리한 후, 에테르화제를 반응시킴에 있어 단계별 반응조건을 특이성 있게 조절하여 입자의 미세화를 유도하여 분쇄공정에서의 운전부하를 현격하게 감소시켜 공정의 운전 효율성을 높인 경제적으로도 유리한 셀룰로오스에테르의 제조방법에 관한 것이다.

【색인어】

셀룰로오스에테르, 가성소다, 에테르화제

【명세서】**【발명의 명칭】**

미세화된 셀룰로오스에테르의 제조방법{Method for preparation of fine powdered Cellulose ethers}

【발명의 상세한 설명】**【발명의 목적】****【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】**

- <1> 본 발명은 미세화된 셀룰로오스에테르의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 잘게 분쇄한 셀룰로오스에 가성소다를 처리한 후, 에테르화제를 반응시킴에 있어 단계별 반응조건을 특이성 있게 조절하여 입자의 미세화를 유도하여 분쇄공정에서의 운전부하를 현격하게 감소시켜 공정의 운전 효율성을 높인 경제적으로도 유리한 셀룰로오스에테르의 제조방법에 관한 것이다.
- <2> 셀룰로오스에테르라 함은 알킬셀룰로오스, 히드록시알킬셀룰로오스, 히드록시알킬알킬셀룰로오스 등을 말하는 것으로서, 의약, 건축, 페인트 등의 증점제, 결합제, 보수제 등으로 사용되는 산업적으로 매우 유용한 화합물이다.
- <3> 일반적으로 알려진 셀룰로오스에테르의 제조방법은 다음과 같다.
- <4> 미국 특허 제4,076,935호에는 이미 제조한 셀룰로오스에테르를 적당량의 물과 공기의 존재 하에 진동분쇄기를 사용하여 분쇄함으로써 50% 이상의 제품이 100미크론 이하의 입자크기를 갖도록 하는 방법을 제공하고 있다. 이 방법은 합성한 제품에 대해 진동분쇄기라는 공정

상 복잡하고 특정 장치를 사용하여야 하는 한정된 방법을 제시하고 있는 단점이 있으며, 추가로 물을 투입하여 제품의 벌크 웨이트를 증가시키는 등의 공정상 문제점이 있었다.

- <5> 또한, 미국 특허 제4,820,813호에 의하면 고점도의 셀룰로오스에테르를 분쇄함에 있어 고속의 공기충격분쇄기를 사용하여 40 ~ 400 메쉬의 분포를 갖도록 하는 분쇄 방법을 제공하고 있다. 이 방법도 특정분쇄기를 사용하여야 하는 제약이 있으며, 제조된 제품을 사용하는 등의 공정상 문제점이 있었다.
- <6> 또한, 미국 특허 제5,488,104호에 의하면 합성 후 제품을 단면적이 $7.5 \times 10^{-9} \text{m}^2$ 에서 $1 \times 10^{-6} \text{m}^2$ 인 다수의 관으로 압출하여 압출품을 얻은 후 원하는 길이 만큼 자르고 건조하여 공기충격 분쇄기를 사용하여 분쇄하는 방법을 제공하고 있다. 이 방법은 미세공극의 여과망을 사용하여 제품을 압출함으로써 공정상 시간이 많이 소요되며, 여과망의 세척에도 문제가 있으며, 이들을 다시 자르고 건조하여 분쇄하는 등 전체 공정이 매우 복잡한 산업적으로 불리한 방법이라 하겠다.
- <7> 또한, 미국 특허 제4,415,124호에 의하면 합성 후 제품을 미리 냉각시킨 불분쇄기에 넣어 단단하게 만든 다음, 제트밀로 이송하여 미세입자를 얻는 방법과 합성한 제품을 압착하여 펠레트로 만든 다음 제트밀이나 충격판분쇄기에서 분쇄하여 미세입자를 얻는 방법을 제시하고 있으나, 합성제품을 분쇄함에 있어 분쇄기 형태는 다르나 2가지 이상의 분쇄기를 거쳐야 한다는 설비투자 비용 문제와 2가지 분쇄기를 거쳐야 함으로써 공정이 길어지거나 앞 공정에서 막힘 현상 발생시 전체 공정이 멈출 수도 있는 것으로 산업적으로 비효율적인 방법이며, 그 만큼 공정운전 비용이 많이 소요되고 유지, 보수 비용도 발생하는 등의 결정적인 단점이 있는 불리한 방법이라 하겠다.

- 8> 결국, 기존의 선행기술에서는 미세입자의 셀룰로오스에테르를 제조하는데 있어 합성 후의 건조, 분쇄공정에서의 특정 설비를 사용하는 방법을 제시함으로써 투자규모가 매우 크며, 분쇄 전에 압착 및 압출 등의 전처리 단계를 필요로 함으로써 대량 생산에 적용하기에는 설비의 용량에 한계가 있고 공정의 복잡성 및 운전 유지의 어려움 등의 경제적으로도 문제점이 있다.
- 9> 한편, 본 출원인은 셀룰로오스에테르의 제조시에 세척과 여과가 동시에 이루어지며, 분쇄와 건조를 동시에 실현하는 공정을 도입하여 제조공정을 단축한 셀룰로오스에테르의 제조방법을 특허 출원한 바 있다[국내 공개 특허 제2003-42796호]. 그러나, 상기와 같은 방법에도 분쇄와 건조를 동시에 실시하는 장점이 있는 좋은 방법이기는 하지만, 미세입자를 얻기 위하여는 분쇄기와 같은 물리적인 입자감소 설비가 필요하고 이에 따른 운전비용 및 유지보수 비용이 필연적으로 발생하는 등의 문제점이 제기되었다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

- 10> 이에, 본 발명자들은 상기와 같은 미세입자의 셀룰로오스에테르 제조하는 방법에 대하여 특정성능의 분쇄기와 같은 설비투자가 필요하고 기계적이며, 물리적인 방법을 사용함으로써 설비의 유지, 보수가 필연적이고 이에 따른 비용부담이 발생하는 문제점을 해결하기 위하여 연구 노력한 결과, 셀룰로오스에테르 합성공정에 대한 반응제어 연구를 통하여 미세입자 형태를 갖는 조건을 확보하였고 반응계 내 유기 반응물의 양을 조절함으로써 이들의 형상이 조절된다는 것을 밝혀 미세화된 셀룰로오스에테르를 제조하는 방법을 개발함으로써 본 발명을 완성하였다.

- 11> 따라서, 본 발명은 산업적으로 효율적이며 경제적인 미세화된 셀룰로오스에테르의 제조 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

【발명의 구성 및 작용】

- 12> 본 발명은 분쇄된 셀룰로오스에 가성소다를 분산시키고, 에테르화제를 투입하여 셀룰로오스에테르를 제조하는 방법에 있어서, 셀룰로오스 1 중량부에 대하여 에테르화제 0.01 ~ 3.0 중량부를 투입하고 난 후, 40 ~ 60 °C에서 10 ~ 60 분 동안 승온하여 1차 반응시키고, 45 ~ 75 °C에서 60 ~ 180분 동안 승온하여 2차 반응시킨 다음, 80 ~ 90 °C에서 60 ~ 180분 동안 승온하여 3차 반응시켜 미세화된 셀룰로오스에테르를 제조하는 방법을 그 특징으로 한다.
- 13> 이하, 본 발명을 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.
- 14> 본 발명은 잘게 분쇄한 셀룰로오스에 가성소다 처리한 후 에테르화제를 반응시킴에 있어 단계별 반응조건을 조절하여 입자의 미세화를 유도하고 결국 분쇄공정에서의 운전부하를 현격하게 감소시켜 공정의 운전 효율성을 높인 경제적으로도 유리한 셀룰로오스에테르의 제조방법에 관한 것이다.
- 15> 본 발명에 의한 셀룰로오스에테르의 제조방법을 실시하는데, 먼저 셀룰로오스가 에테르화제와 반응하기 위해서는 단단한 셀룰로오스의 결정성 구조를 연화시켜 주어야 한다. 이들은 에테르화제와 셀룰로오스의 반응에 촉매 역할을 할 뿐만 아니라 셀룰로오스와 결합하여 결정구조를 팽창시킴으로써 각종 화학물질들이 결합 또는 반응하도록 도와주는 역할을 한다.
- 16> 이렇게 알카리처리된 활성알카리 셀룰로오스는 상온상태에서 일정시간 교반하며 혼합시켜야 균일하게 결정성 구조가 약화된다. 이를 위하여 균일한 교반이 필수적이다.

- 17> 상온에서 알카리 처리된 셀룰로오스는 일정하게 반응물과 결합할 수 있는 상태로 있으며 여기에 에테르화제를 투입하여 이들을 셀룰로오스에 결합시키는 것이다. 원하는 반응물(일반적으로 알킬렌옥시드와 알킬할라이드류)들의 치환도를 얻기 위하여 가성소다의 처리방법에 차이가 있는데 본 발명에서는 알콕시 치환도가 15%에서 30%가 되며, 히드록시알콕시 경우 치환도가 5%에서 25%가 되도록 한다.
- 18> 또한, 희석가스로 디메틸에테르 등의 에테르 화합물과 이소프로판올 등의 저급 알콜류 등을 사용하여 합성할 수 있다. 하지만, 상기 에테르화제와 희석가스 등은 특정 치환도를 얻기 위해서 일정량을 사용하여야 하는데, 에테르화제의 사용량과 반응온도 및 희석가스 사용량 등에 따라 합성된 셀룰로오스에테르의 형상이 달라져 어떤 것은 가벼운 화이버 형태로 생성되거나, 어떤 조건에서는 구형으로 생성되어 제품의 치환도나 투명성 등에 영향을 주게 된다. 또한, 이들을 제품화하기 위하여는 찬물을 처리하여 호화를 유도하고 건조한 후 원하는 입자크기를 얻기 위하여 제트밀이나 볼밀 등의 분쇄기로 분쇄하고 특정크기의 체로 거르는 과정이 필요하다.
- 19> 이러한 일반적인 합성방법으로 비중이 낮은 화이버 형상으로 합성되는 경우 호화가 원활하게 되지 않아 제품의 겉보기 비중이 낮아져 분쇄와 분급 공정에서 재순환량이 많아져 생산성이 떨어지는 등 비효율적인 단점이 발생되고 있으며, 동그란 형태로 합성되는 경우 호화는 될 수 있으나, 입자의 내부까지 에테르화제가 치환되지 않거나 내부에는 소수성 성분이 많이 모여 있어 분쇄시 이들이 표면으로 배열됨으로서 화이버 형태로 나타나 결국 최종 제품의 겉보기 비중이 낮아져 분쇄, 분급 공정에서 재순환량이 많아지게 되고 결국 공정에 불리한 결과를 초래하게 된다.

- 20> 따라서, 상기의 문제들을 해결하기 위하여 합성공정을 개량 연구한 바 셀룰로오스에테르의 입자형태를 단단하면서도 화이버 형태인 제품을 얻을 수 있었는데, 이는 반응기내 총 유기물의 양을 조절하고 반응온도를 조절함으로써 가능하게 되었다. 즉, 유기화합물의 양이라 함은 잘게 분쇄한 셀룰로오스 대비 투입된 에테르화제를 포함한 유기물의 총량을 말하는 것이고, 반응온도라 함은 이들 유기화합물을 반응기에 모두 투입한 후 일정시간 동안 승온한 후 유지하고 또는 냉각하는 과정을 말하는 것으로서 이들의 조합에 따라 생성되는 셀룰로오스에테르의 입자형태를 조절할 수 있다.
- 21> 이와 같은 본 발명의 제조방법을 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.
- 22> 잘게 분쇄한 셀룰로오스에 에테르화제를 반응시키기 위해서는 단단한 셀룰로오스의 결정성 구조를 연화시켜 주는데, 이를 위해 고체 또는 수용액상태의 알카리메탈 히드록사이드(가성소다)를 사용하는 것이 바람직하다. 특히, 소듐히드록사이드, 포타슘히드록사이드 또는 리튬히드록사이드를 사용하는 것이 바람직하다. 가성소다는 셀룰로오스에 골고루 잘 분산되도록 분사시키는 것이 중요하다. 가성소다 처리가 완료되면 회석가스 바람직하게는 디메틸에테르 및 디에틸에테르 등의 에테르화합물 중에서 선택된 하나 이상을 셀룰로오스 1 중량부에 대하여 2.5 중량부 이하를 투입하여 골고루 혼합시켜준다. 더욱 바람직하기로는 2.0 중량부 이하가 좋다. 2.5 중량부를 초과하는 경우에는 반응기 압력을 상승시켜 최대 압력 이상으로 올라갈 수 있으므로 위험하고 반응에 영향을 주지 않으며, 전혀 투입하지 않고도 반응을 유도할 수 있다. 상기 회석가스를 투입하고 에테르화제로 알킬렌옥사이드와 알킬할라이드를 투입하는데, 여기서 알킬렌옥사이드는 탄소수 2 ~ 4개인 에틸렌옥사이드, 프로필렌옥사이드, 부틸렌옥사이드이 바람직하고, 알킬할라이드는 탄소수 1 ~ 5개인 메틸클로라이드, 에틸클로라이드, 프로필클로라이드, 부틸클로라이드 등이 바람직하다. 또한, 에테르화제는

셀룰로오스 1 중량부에 대하여 0.01 ~ 3.0 중량부를 투입하는 것이 바람직하며, 0.01 중량부 미만일 경우에는 반응온도 조절이 어렵고 급격한 발열등의 문제점이 있고, 3.0 중량부를 초과하면 반응압력의 과다 상승으로 운전이 어렵고 특수 고압용의 반응기가 요구되는 등 문제점이 있다. 상기 에테르화제를 모두 투입한 후 40 ~ 60 ℃ (바람직하게는 40 ~ 50 ℃)에서 10 분 ~ 60분간 승온하여 1차 반응시키는데, 이때 40 ℃ 미만인 경우에는 반응속도가 느려져 많은 시간이 요구되는 문제점이 있고, 60 ℃ 초과하면 알킬렌옥사이드의 반응을 조절하기 어려워 국부과열 현상으로 부반응물이 많이 발생하는 문제점이 있으며, 10분 미만으로 반응시키면 승온 속도가 너무 빨라 급격한 발열을 야기시켜 온도조절이 어려울 수 있으며, 60분 보다 긴 경우는 공정이 길어지므로 바람직하지 않다. 또한, 45 ~ 75 ℃(바람직하게는 55 ~ 65 ℃)에서 60 ~ 180분 동안 승온하여 2차 반응시키는데, 이때 45 ℃ 미만인 경우에는 반응진행이 매우 느린 문제점이 있고, 75 ℃ 초과하면 부반응물들의 생성이 증가하는 문제점이 있으며, 60분 미만으로는 미반응 알킬렌옥사이드가 증가하는 문제점이 있으며, 180분 보다 긴 경우는 반응한 제품이 변성되는 문제점이 있다. 그런 다음 80 ~ 100 ℃(바람직하게는 85 ~ 90 ℃)에서 60 ~ 180분 동안 승온하여 3차 반응시킨 후 10 ~ 60 분 동안 유지시킨다. 이때, 80 ℃ 미만일 경우에는 알킬할라이드가 완전히 반응하기 어려운 문제점이 있고, 100 ℃ 초과하면 합성제품의 색이 변하고 분해되는 등의 문제점이 있으며, 60분 미만으로 반응시키면 알킬할라이드의 반응이 충분치 않는 문제점이 있고, 180분 초과할 경우에는 합성제품이 변성되는 문제점이 있다. 반응 완료 후, 95 ℃의 열수를 사용하여 여과하고 60 ~ 80 ℃의 열풍이 흐르는 분쇄기에 투입하고 분쇄처리 부하 없이 바로 분급 처리하여 셀룰로오스에테르를 제조한다.

- 23> 본 발명에 따른 제조방법으로 제조된 셀룰로오스에테르는 미세한 화이버로 단순한 건조 시에도 뭉쳐져 덩어리가 되지 않아 입자가 커지지 않고 입자가 매우 유연하여 공정에서 파이프 내로의 단순 공기흐름에 의해서도 입자들이 분리됨으로써 합성시의 제품특성이 변하지 않는 등 물리적인 특성이 기존의 방법에서 합성한 셀룰로오스에테르와는 현격한 차이를 나타내었다.
- 24> 또한, 단순 건조 후의 셀룰로오스에테르의 겉보기 비중도 0.45 ~ 0.65 g/ml로 별도의 호화공정 없이 높은 겉보기 비중을 얻을 수 있었으며, 분쇄하지 않고 건조만 실시한 상태에서 의 입자 분포는 100 메쉬 이하의 제품이 99 ~ 100 중량%의 제품을 얻을 수 있었다. 이때 수분함량은 3.0% 이하로 조절되었다.
- 25> 이는 제조된 셀룰로오스에테르가 이미 미세입자 형태를 가지고 생성되었다는 것을 확인 시켜 주는 것으로서 입자크기를 조절하기 위하여 분쇄기의 조건을 가혹하게 조정할 필요가 없으며, 분급공정에서 오버사이즈 제품의 리사이클량이 없어 공정시간이 단축되고, 부하도 획기적으로 감소시킨 상업적으로 효율적이며 경제적인 미세입자의 셀룰로오스에테르 제조 방법인 것이다.
- 26> 이하, 본 발명은 다음 실시예에 의거하여 더욱 상세히 설명하겠는바, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

27> 실시예 1

- 28> 용량 100 ℓ 의 고압반응기에 잘게 분쇄한 셀룰로오스 6 kg를 투입하였다. 에테르화제를 반응시키기 위해서 단단한 셀룰로오스의 결정성 구조를 약화시켜 주어야 하는데, 이를 위하여 50 중량% 수용액의 가성소다를 사용하며 셀룰로오스에 골고루 잘 분산되도록 분사시켰다. 가성소다 8 kg 처리가 완료되면 희석가스로 디메틸에테르 2 kg을 투입하여 골고루 혼합시켜주었다. 이때, 에틸렌옥사이드 2.5 kg과 메틸할라이드 8 kg을 투입하고 1차로 40 ℃까지 60 분간 반응시킨 후, 2차로 40 ℃에서 75 ℃까지 100분간 반응시키고, 3차로 80 ℃에서 3시간 반응시켜 30분간 유지시켰다.
- 29> 상기 반응완료 후 뜨거운 물 100 ℓ 를 투입하여 10분 정도 교반시킨 다음, 여과기에서 30분간 여과 후 제품을 유동형 건조기에서 건조시켰다. 건조가 완료되면 분쇄과정 없이 건조제품 1 kg(수분함량 2.50%)을 진동형 분급기를 사용하여 100 메쉬의 시브를 사용하여 10분간 분급을 실시하였다. 이때, 100 메쉬 이하 제품을 995 g(수분함량 2.48%)을 얻을 수 있었다. 결과를 다음 표 1에 나타내었다.
- 30> 실시예 2 ~ 5 및 비교예
- 31> 상기 실시예 1과 동일하게 실시하되 반응온도와 희석가스와 그 사용량을 변화시켜 실시하였다. 결과를 다음 표 1에 나타내었다.
- 32>

【표 1】

구분	희석가스		1차 반응		2차 반응		3차 반응		셀룰로오스 입자분포 (100메쉬 이하, %)
	종류	사용량 (kg)	온도 (℃)	시간 (분)	온도 (℃)	시간 (분)	온도 (℃)	시간 (분)	
실시예 1	디메틸에테르	1.5	40	60	60	100	80	180	99.5
실시예 2	디메틸에테르	1	40	60	60	100	80	180	99.5
실시예 3	디메틸에테르	0.5	40	60	60	180	80	180	99.6
실시예 4	디메틸에테르	0.1	40	30	70	120	90	60	99.5
실시예 5	디메틸에테르	1.0	45	60	60	180	90	60	99.4
실시예 6	디메틸에테르	1.5	45	60	60	180	90	60	99.5
비교예	디메틸에테르	3.0	60	60	80	60	90	180	45.5

【발명의 효과】

13> 이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명에 따른 미세화된 셀룰로오스에테르의 제조방법은 경제적으로 불리하며 공정에 있어서도 복잡한 선행기술에서의 문제점을 개량하여 합성공정에서 반응물인 유기화합물의 양을 조절하고 반응온도를 효율적으로 제어함으로써 입자의 형태를 단단하면서 화이버인 형태로 셀룰로오스에테르를 제조하여 공정단순화는 물론 화학적 합성기술로도 진보된 것인 바, 희석가스의 사용량을 조절하여 입자의 형태를 결정하였고 건조 공정 이외에 별도의 분쇄 공정이 필요없는 획기적인 제조공정 도입과 설비들의 부하를 감소시킴으로써 운전 비용 및 설비의 유지 보수면에서도 경제적으로 유리하며, 또한 공정시간을 단축함으로써 생산효율을 향상시킨 산업적으로 매우 유용한 미세입자의 셀룰로오스에테르 제조방법이라 할 것이다.

> 이렇게 미세화된 셀룰로오스에테르는 기지의 셀룰로오스에테르에 비하여 표면적이 매우 커져서 빠르게 수화될 뿐만 아니라 쉽게 용액상태로 전환되므로 산업적으로 건축용의 모르타르, 자갈, 시멘트, 석고 등과 함께 벽지용 페이스트나 몰딩 혼합물에서의 필러, 합성 레진에서의

첨가제로서 사용될 수 있으며, 또한 의약용에 있어서 캡슐 제조용 및 코팅용으로서도 매우 적합한 것으로서 산업적으로 매우 유용하게 사용될 수 있다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

분쇄된 셀룰로오스에 가성소다를 분산시키고, 에테르화제를 투입하여 셀룰로오스에테르를 제조하는 방법에 있어서, 셀룰로오스 1 중량부에 대하여 에테르화제 0.01 ~ 3.0 중량부를 투입하고 난 후, 40 ~ 60 °C에서 10 ~ 60 분 동안 승온하여 1차 반응시키고, 45 ~ 75 °C에서 60 ~ 180분 동안 승온하여 2차 반응시키고, 80 ~ 90 °C에서 60 ~ 180분 동안 승온하여 3차 반응시켜 미세화된 셀룰로오스에테르를 제조하는 것을 특징으로 하는 미세화된 셀룰로오스에테르의 제조방법.

【청구항 2】

제 1 항에 있어서, 상기 1차 반응온도를 40 ~ 50 °C, 2차 반응온도를 55 ~ 65 °C, 3차 반응 온도를 85 ~ 90 °C로 하는 것을 특징으로 하는 제조방법.

【청구항 3】

제 1 항에 있어서, 상기 에테르화제는 알킬렌옥사이드와 알킬할라이드인 것을 특징으로 하는 제조방법.

【청구항 4】

제 3 항에 있어서, 상기 알킬렌옥사이드는 탄소수 2 ~ 4개이고, 알킬할라이드는 탄소수 1 ~ 5개인 것을 특징으로 하는 제조방법.

【청구항 5】

제 1 항에 있어서, 상기 에테르화제를 투입하기 전에 회석가스를 투입하는 것을 특징으로 하는 제조방법.

【청구항 6】

제 5 항에 있어서, 상기 회석가스가 디메틸에테르 및 디에틸에테르 중에서 선택된 하나 이상의 에테르류 화합물인 것을 특징으로 하는 제조방법.

【청구항 7】

제 5 항 또는 제 6 항에 있어서, 상기 회석가스의 투입량이 셀룰로오스 1 중량부에 대하여 2.5 중량부 이하인 것을 특징으로 하는 제조방법.

【청구항 8】

상기 청구항 1의 제조방법에 의해 얻어진 것으로, 100메쉬 이하의 입자분포율이 99% 이상인 것임을 특징으로 하는 셀룰로오스에테르.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.